

Application No.

Hakemuksen nro 742578 tiedot :

Hakemuksen tyyppi: National application, national patent
Patenttinro/Rekisterinro: 52876
Patentin laji: Ordinary patent - Normaali hakemus
Julkiseksitulopvm: 4.3.1976
Hakemispvm: 3.9.1974
Hakemuksen alkupvm: 3.9.1974
Myöntämispvm: 17.10.1978
Tila: Hakemus jänyt sillensä/Patentti rauennut
Maksettuja vuosimaksuja: 16 kpl
Vuosimaksun maksupäivä: 29.8.1989
Etuoikeustiedot:
IPC-pääluokka: D21C 9/02
IPC-luokat: D21C 9/02
Hakija/haltija: A. Ahlström Osakeyhtiö
Keksijä: Arhipainen , Bengt
Keksijä: Gullichsen , Johan
Asiamies: Berggren Oy Ab
Nimitys (suom. kiel.): Menetelmä alkalisen keiton selluloosamassan pesemiseksi.
Nimitys (ruots. kiel.): Förfarande för tvättning av en cellulosamassa från alkaliokok.

Hakemuksen toimenpidetiedot :

Toimenpidepvm	Toimenpide
17.10.1978	Hakemus hyväksytty ja patentti myönnetty - Applic accepted and patent granted

Hakemukseen liittyvät päätökset :

Viraston päätöksen lähetämispvm	Hakijan määräaika vastata	Hakijan vastauspvm	Kirjeen nimi
			Ei vastauksia

Muu hakemukseen/patenttiin liittyvä posti :

Asiakirjan saapumispvm	Asiakirjan nimi
	Ei postia

BEST AVAILABLE COPY

BEST AVAILABLE COPY



Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen

(51) Kv.Ik./Int.Cl. D 21 C 9/02

2578/74

(21) Patentihakemus — Patentansökaning

03.09.74

(22) Hakemispälvä — Ansökningsdag

03.09.74

(23) Alkupälvä — Giltighetsdag

04.03.76

(41) Tullut julkiseksi — Blivit offentlig

(44) Nähtäväksipanoni ja kuul.julkaisun pvm. —
 Ansökan utlagd och utl.skriften publicerad

31.08.77

(45) Patentti myönnetty — Patent meddelat

17.10.78

(32) (33) (31) Pyydetty etuoikeus — Begärd prioritet

(73) A. Ahlström Osakeyhtiö, Noormarkku, Suomi-Finland(FI)

(72) Bengt Arhipainen, Tähtitorninkatu 4 A 8, 00140 Helsinki 14,
 Johan Gullichsen, Tähtitorninkatu 6 C 38, 00140 Helsinki 14,
 Suomi-Finland(FI)

(74) Berggren Oy Ab

(54) Menetelmä alkalisen keiton selluloosamassan pesemiseksi — Förfarande för
 tvättning av en cellulosamassa från alkaliokok

Tämä keksintö kohdistuu menetelmään alkalisen keiton selluloosamassan pesemiseksi.

Alkalisen keiton selluloosamassan pesu suoritetaan tavallisesti vedellä tai prosessilauhteilla vastavirtaan kytkeytystä pesulaitteesta koostuvassa järjestelmässä. Osa pesuhäviöistä, so. se osa epäorgaanista ja liuennutta orgaanista ainesta, joka on pesun jälkeen jäljellä kuituaineessa, on kemiallisesti sitoutunut, sorboitoinut tai sulkeutuneena kuitumateriaalissa siten, ettei sitä voida poistaa vedellä. Alentamalla pesulioksen pH-arvoa happoa lisäämällä voidaan vapauttaa se osa, jota ei kyötä poistamaan vedellä. Tällöin on kuitenkin esitetty syntyvän joitakin haittavaikutuksia. Alkalisesti liuttu ligniini ja muu orgaaninen aines saostuvat pH-arvoa alennettaessa ja jos kuidut on keitetty sulfaatti-, polysulfidi- tai rikkivetykeitossa, vapautuu rikkivetykaasu hapon ja jätelipeän sulfidien välisten reaktion vaikutuksesta. Happopesua sovelletaan menetelmänä, kun halutaan erottaa hivenaineita kuten sellaisia raskaita metalluja, joiden on havaittu katalysoivan selluloosan hajoamista nk. happikaasuvalkaisussa tai delignificoinnissa. Tämä vaihe sijoitetaan erik-

52876

seen pesun ja sitä seuraavan happikaasukäsittelyn väliin. Tästä käsittelystä johdetaan suodos suoraan viemäriverkostoon.

Yleinen suuntaus selluloosateollisuudessa on vähentää nestemäisiä ja kaasumaisia jätteitä sulkemalla valmistuksen nestekiertojärjestelmiä. Tämä merkitsee sitä, että saastuminen kiertojärjestelmässä lisääntyy, mikä voidaan nestepuolella kompensoida ottamalla käyttöön useampia vastavirtaan kytettyjä pesuvaiheita. Tämä toimenpide lisää kuitenkin huomattavasti tuotantokustannuksia.

Esillä oleva keksintö, jonka pääasiallisimmat tunnusmerkit selviävät oheisista patenttivaatimuksista, kohdistuu järjestelmään, jossa kemiallisilla keinoilla, lähinnä alentamalla pH-arvoa yhdessä tai useammassa pesujärjestelmän nestekierrossa, nostetaan kokonaispesutehoa. Sen ohella saavutetaan joukko olennaisia etuja:

Jos jäteeliemen pH-arvo alennetaan, vaalenee sen väri huomattavasti, mitä voidaan käyttää hyväksi mm. tehtaissa, joissa nestepuolella on avoin sihtiosasto, jolloin jäteveden väriillä on olennaista merkitystä ympäristötekijänä.

Sihtiosastolla tapahtuva kuohaaminen on ongelmana kaikissa alkali-pohjaisissa selluloosaprosesseissa. Kuohaaminen vähenee huomattavasti, kun pH-arvoa alennetaan.

Kuitujen valkoisuus nousee huomattavasti hoppopesun ansiosta erityisesti, jos valitaan hoppo, joka on hapettava. Tätä vaikutusta voidaan käyttää hyväksi sellaisten valkaisemattomien laatujen valmistuksessa, jossa kuitujen väriillä ja vaaleusasteella on kuitenkin merkitystä.

Tavanomainen valkaisu aloitetaan happamella kloorilla tai klooridioksidivaiheella. Merkitsevä osa valkaisuaineesta kuluu tässä vaiheessa alkalisen kitususpension neutralointiin, mikä osuus suhteellisesti lisääntyy valkaisua edeltävän pesu- ja sihtiosastojen nestekiertojen sulkemisasteen kasvaessa. Hapettamalla pesemön kiertojärjestelmässä oleva neste voidaan siis vähentää kalliiden valkaisukemikaalien kulumista neutralointiin.

Jos käytetään hapettavaa hoppoa, kuten rikkidioksidivettä tai rikki-

hapoketta, klooridioksidin ja rikkihapon sekoituksia, klooria jne. voidaan välttää pelätyn rikkivedyn syntymisen siten, että jäteiemen sulfidit ja mahdollisesti vapaa rikkivety tai merkapttaani hapetetaan sulfiiteiksi, sulfaateiksi, tiosulfaateiksi tai alkuainerikiksi.

Pelättyt haittavaikutukset orgaanisen aineen saostumisessa voidaan estää siten, että hapotus suoritetaan sellaisessa vaiheessa, missä jäteiemen väkevyys on riittävän matala, jotta mahdollinen saostuminen on merkityksetöntä.

Muutamia esimerkkejä:

Esimerkki 1

Täydessä teknisessä mittakaavassa suoritettu kokeilu, periaatteessa kuviossa 1 esitetyn järjestelmän mukaan, tehtiin koivusulfaattimassalla, joka pestiin viidessä eri vastavirtaan kytketyssä vaiheessa, jotka koostuivat 45 min keittopesusta jatkuvatoimisessa keittimessä sekä neljästä samaan torniin sijoitetusta jatkuvatoimisesta diffusöörivaiheesta. Vaiheiden 3 ja 4 välillä oleva kiertoneste tehtiin happameksi rikkidioksidivedellä pH-arvoon 3. Tulosta verrattiin siihen tulokseen, joka oli saatu ilman rikkidioksidihapotusta. Tulos, joka selviää oheisesta taulukosta osoittaa selvästi, että kokonaispesuhäviöt ilmaistuna natriumsulfaattina/tonnia ilmakuivaa massaa vähenivät 40 %:iin, massan valkoisuus nousi 5 SCAN-yksiköllä ja että syrjäytysteho nousi huomattavasti kaikissa diffusöörivaiheissa, rikkidioksidin kulutuksen ollessa 6,5 kg/tonni ilmakuivaa massaa.

	Ilman SO ₂	SO ₂ :lla
Nesteen pH-arvo:		
vaiheeseen 1	11	7,8
2	10,7	6,6
3	10,5	2,9
4	7,0	7,0
poistuva massa		
- pH	10	5,1
- valkoisuus % SCAN	33,6	38,7
- pesuhäviö, kokonais-Na kg Na ₂ SO ₄ /tonni	8,8	3,6
- pesuhäviö, pestävä Na ₂ SO ₄ /tonni	3,3	3,0
- syrjäytysteho E		
vaihe 1	5,3	6,5
2	2,8	3,8

Esimerkki 2

52876

Mäntysulfaatiliemi hapotettiin rikkidioksidivedellä, lipeän ekstinktio mitattiin sinisellä suotimella aaltopituudella 415 nm. Kuviossa 2 esitetty tulos osoittaa selvästi, kuinka voimakkaasti jäte liemen väri on riippuvainen sen pH-arvosta.

Esillä oleva keksintö voidaan kuvata (kuvio 3) järjestelmänä, jossa suspensio A, joka koostuu kuiduista ja puun alkalisen keiton jäte liemestä, johdetaan monivaiheisen vastavirtaan kytkettyjen pesulaitteiden järjestelmän läpi. Syrjäytysneste vaiheeseen N, joka vastaa N+1-vaiheen suodosta, tehdään happameksi sopivan pH-arvoon hapolla B, joka edullisesti voi olla hapettava aine, esim. rikkidioksidivesi, klooridioksidin tai rikkihapon seos, kloorivesi jne. Näin happameksi tehty kuitususpensio johdetaan edelleen vaiheeseen N+1, missä hapan neste syrjäytetään kuitususpensiosta pesuvedellä, joka voi olla joko ns. raakaa tehdasteluvettä, hapanta, neutraalia tai alkalista kiertovettä jostakin valmistusprosessin myöhemmästä käsitellyvaiheesta. Vaiheesta N+1 saatu suodos käytetään kokonaan tai osittain pesunsteenä vaiheessa N hapolla B suoritetun hapotuksen jälkeen. Siinä tapauksessa, että halutaan erityisesti poistaa pesujärjestelmästä erottetut komponentit kuten myöhemmässä prosessissa ei-toivotut hivenaineet, voidaan nesteen osa C vaiheesta N+1 johtaa toiseen osaan valmistusprosessia, edullisimmin kemikaalien regenerointiosastoon ja käytetään siellä laimennus- tai pesunesteenä.

Hapettaminen voidaan suorittaa jopa pH-arvon 3 alapuolelle ja hapotuksen sijoittaminen pesujärjestelmään voidaan valita siihen kohtaan, jossa pesuvaiheeseen tulevan kuitususpension liuennut kuivaaineepitoisuus on ekvivalentti natriumsulfaattimäärään 250 kg/tonni massaa saakka. Pesulaitteina voidaan käyttää suodattimia tai difusöörejä tms.

Patenttivaatimukset

1. Menetelmä alkalikeitosta peräisin olevan selluloosamassan pesemiseksi, jolloin massaa syötetään monivaihepesulaitteistoon, jossa on monta vastavirtaan kytkettyä pesulaitetta, t u n n e t t u siitä, että pesunesteeseen lisätään hoppoa, hapotettua kuitususpensiota johdetaan edelleen seuraavaan vaiheeseen, missä hapotettua nestettä syrjäytetään kuitususpensiosta pesuvedellä ja tästä vaiheesta saatua nestettä käytetään ainakin osittain pesunesteenä edellisessä vaiheessa.

sa hapolla suoritetun hapotuksen jälkeen.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että hapottaminen suoritetaan sellaisessa pesuvaiheessa, johon saapuvan kuitususpension irtokuiva-aineepitoisuus on ekvivalenttiin 250 kg:n kanssa natriumsulfaattia massatonnaia kohti.

3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että hapottaminen suoritetaan edellistä viimeisessä pesuvaiheessa.

4. Patenttivaatimuksen 1, 2 tai 3 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että pesunesteesseen lisätään niin paljon happoa, että sen pH laskee alle 3.

5. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että pesunesteesseen lisätään hapettavaa happoa.

6. Patenttivaatimusten 1-4 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että pesunesteesseen lisätään hapon lisäksi jotain hapettavaa ainetta selluloosamassan ja jätelipeän rikkiyhdisteiden yhdistetyksi hapettamiseksi.

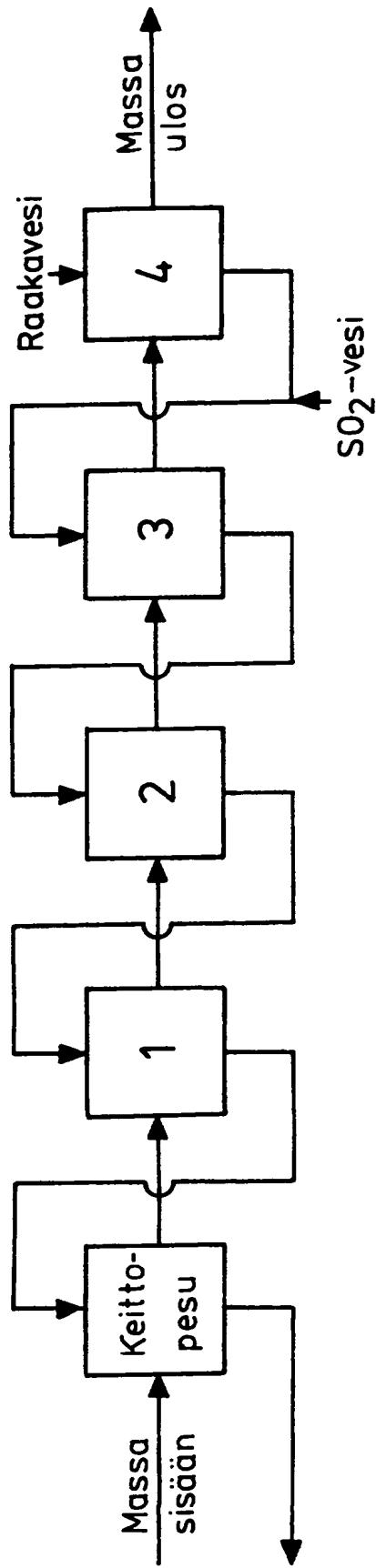
7. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että kuitususpensiosta syrjätettyä hapotetua nestettä käytetään ainakin osittain laimennus- tai pesuvetenä kemikaalien talteenotossa.

1. Sätt att tvätta cellulosamassa från ett alkaliskt kok, varvid massan matas till ett flerstegs tvättsystem med flera i motström kopplade tvättapparater, kännetecknat av att till tvättvätskan tillsätts syra, den surgjorda fibersuspensionen ledes vidare till följande steg, där surgjord vätska förtränges ur fibersuspensionen medelst tvättvatten och att den från detta steg erhållna vätskan används åtminstone till en del som tvättvätska i ett föregående steg efter surgorningen med syra.
2. Sätt enligt patentkravet 1, kännetecknat av att surgorningen utföres i ett sådant tvättsteg, vid vilket lösfriämneshalten hos den inkommande fibersuspensionen är ekvivalent med 250 kg natriumsulfat per massaton.
3. Sätt enligt patentkravet 1 eller 2, kännetecknat av att surgorningen utföres i det sista tvättsteget.
4. Sätt enligt patentkravet 1,2 eller 3, kännetecknat av att till tvättvätskan sättes så mycket syra, att dess pH sjunker under 3.
5. Sätt enligt något av de föregående patentkraven, kännetecknat av att till tvättvätskan sättes en oxiderande syra.
6. Sätt enligt patentkraven 1-4, kännetecknat av att till tvättvätskan förutom syra sättes något oxiderande ämne i och för kombinerad oxidering av cellulosamassans och avfallslutens svavelföreningar.
7. Sätt enligt något av de föregående patentkraven, kännetecknat av att från fibersuspensionen förträngd surgjord vätska åtminstone delvis användes såsom utspädnings- eller tvättvatten vid kemikalieåtervinningen.

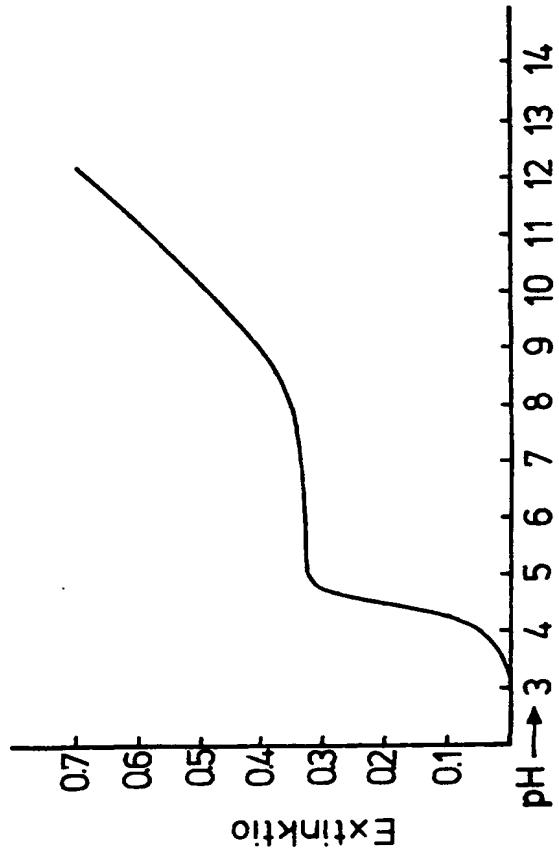
Viitejulkaisuja-Anfördta publikationer

Julkisia suomalaisia patentihakemuksia:-Offentliga finska patentansökningar: 113/68 (D 21 o)
Muita julkaisuja:-Andra publikationer: Paperi ja Puu, vol. 46, no 4a (1964) p. 257-263. Ilmo Yrjälä, Reino Räsänen, Henrik Bruun: "Studies in Foam Formation in Pulping Processes".

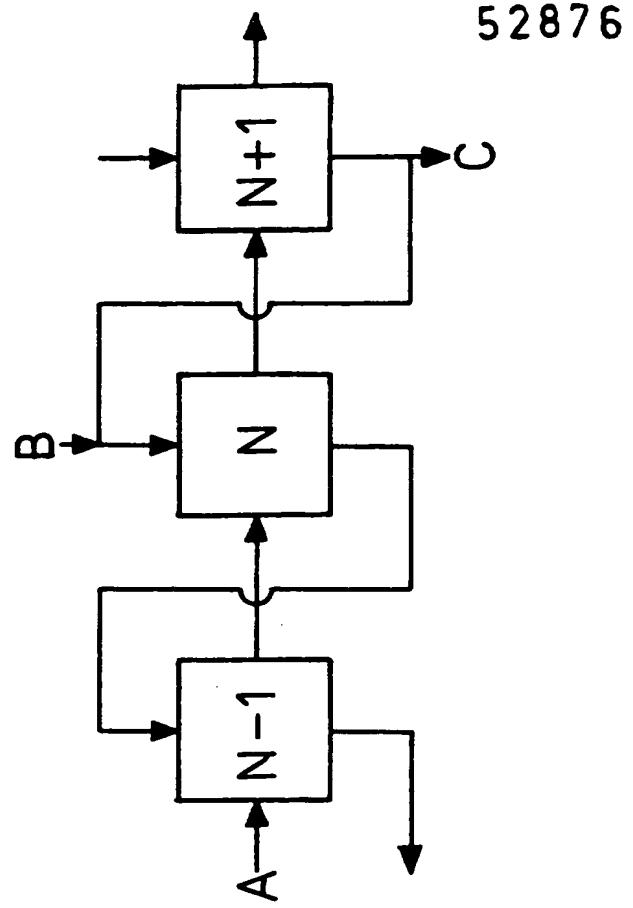
Kuv. 1



Kuv. 2



Kuv. 3



52876

This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT OR DRAWING
- BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- GRAY SCALE DOCUMENTS
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.
As rescanning documents *will not* correct images
problems checked, please do not report the
problems to the IFW Image Problem Mailbox